

日本国特許庁

JAPAN PATENT OFFICE

10/528589 #2  
PCT/JP03/12818  
Rec'd PCT/PTO 21 MAR 2005  
07-10-03

RECEIVED	
04 DEC 2003	
WIPO	PCT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2002年10月 7日  
Date of Application:

出願番号 特願2002-293857  
Application Number:  
[ST. 10/C]: [JP2002-293857]

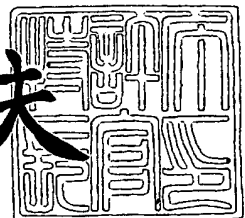
出願人 松下電器産業株式会社  
Applicant(s):

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年11月20日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2003-3091691

【書類名】 特許願

【整理番号】 2036440151

【提出日】 平成14年10月 7日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G09G 3/28

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府門真市大字門真 1 0 0 6 番地 松下電器産業株式  
会社内

【氏名】 朝山 純子

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府門真市大字門真 1 0 0 6 番地 松下電器産業株式  
会社内

【氏名】 頭川 武央

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府門真市大字門真 1 0 0 6 番地 松下電器産業株式  
会社内

【氏名】 寺内 正治

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府門真市大字門真 1 0 0 6 番地 松下電器産業株式  
会社内

【氏名】 北川 雅俊

【特許出願人】

【識別番号】 000005821

【氏名又は名称】 松下電器産業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100097445

【弁理士】

【氏名又は名称】 岩橋 文雄

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100103355

【弁理士】

【氏名又は名称】 坂口 智康

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100109667

【弁理士】

【氏名又は名称】 内藤 浩樹

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 011305

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9809938

【書類名】 明細書

【発明の名称】 蛍光体の処理方法と、その処理装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 少なくともオゾン、酸素、単原子酸素の何れかが含まれる混合ガス雰囲気中に蛍光体を含浸せしめ、前記蛍光体表面および表面近傍が、少なくとも前記オゾン、酸素、単原子酸素の何れかと化学反応を起こし、前記蛍光体表面および表面近傍の酸素元素比が、前記表面および表面近傍以外の酸素元素比より高い構成となるような改質を施す工程を備えたことを特徴とする蛍光体の処理方法。

【請求項 2】 少なくともオゾン、酸素、単原子酸素の何れか、及び単原子フッ素とが含まれる混合ガス雰囲気中に蛍光体を含浸せしめ、前記蛍光体表面および表面近傍が、少なくとも前記オゾン、酸素、単原子酸素の何れか、及び単原子フッ素と化学反応を起こし、前記蛍光体表面および表面近傍の酸素元素比が、前記表面および表面近傍以外の酸素元素比より高く構成され、かつ、前記蛍光体表面および表面近傍のフッ素元素比が、前記表面および表面近傍以外のフッ素元素比より高く構成されるような改質を施す工程を備えたことを特徴とする蛍光体の処理方法。

【請求項 3】 前記混合ガス雰囲気は、加熱されていることを特徴とする請求項 1 から 2 のいずれかに記載の蛍光体の処理方法。

【請求項 4】 前記混合ガス雰囲気は、300℃以下で加熱することを特徴とする請求項 3 に記載の蛍光体の処理方法。

【請求項 5】 前記混合ガス雰囲気は、100℃以下で加熱することを特徴とする請求項 3 に記載の蛍光体の処理方法。

【請求項 6】 前記混合ガス雰囲気は、一定の温度で一定の時間維持して加熱することを特徴とする請求項 3 から 5 のいずれかに記載の蛍光体の処理方法。

【請求項 7】 前記混合ガス雰囲気は、温度上昇する課程を有することを特徴とする請求項 3 から 6 のいずれかに記載の蛍光体の処理方法。

【請求項 8】 前記混合ガス雰囲気は、紫外光が照射されていることを特徴とする請求項 1 ～ 7 のいずれかに記載の蛍光体の処理方法。

【請求項 9】 前記紫外光は、2 種類以上の異なる波長を有することを特徴とする請求項 8 に記載の蛍光体の処理方法。

【請求項 10】 前記紫外光は、前記蛍光体表面には照射されないことを特徴とする請求項 8 から 9 のいずれかに記載の蛍光体の処理方法。

【請求項 11】 前記混合ガス雰囲気は、不活性ガスを含むことを特徴とする請求項 1 から 10 のいずれかに記載の蛍光体の処理方法。

【請求項 12】 前記蛍光体は、酸化物蛍光体であることを特徴とする請求項 1 から 11 のいずれかに記載の蛍光体の処理方法。

【請求項 13】 前記蛍光体は、マンガンイオンあるいは希土類イオンが含まれていることを特徴とする請求項 1 から 12 に記載の蛍光体の処理方法。

【請求項 14】 前記蛍光体は、アルミナ酸塩とユーロピウムイオンとが含まれていることを特徴とする請求項 1 から 13 に記載の蛍光体の処理方法。

【請求項 15】 フッ化ガスは、 $\text{CF}_4$ であることを特徴とする請求項 2 に記載の蛍光体の処理方法。

【請求項 16】 前記蛍光体は、画像表示装置に用いられることを特徴とする請求項 1 から 15 のいずれかに記載の蛍光体の処理方法。

【請求項 17】 前記蛍光体は、プラズマディスプレイに用いられることを特徴とする請求項 16 に記載の蛍光体の処理方法。

【請求項 18】 前記蛍光体は、照明に用いられることを特徴とする請求項 1 から 15 のいずれかに記載の蛍光体の処理方法。

【請求項 19】 請求項 1 から 18 のいずれかに記載の蛍光体の処理方法を用いることを特徴とする蛍光体の処理装置。

【請求項 20】 少なくとも単原子フッ素が含まれる混合ガス雰囲気に蛍光体を含浸せしめ、前記蛍光体表面および表面近傍が、少なくとも単原子フッ素と化学反応を起こし、前記蛍光体表面および表面近傍のフッ素元素比が、前記表面および表面近傍以外のフッ素元素比より高い構成となるような改質をする工程を備えたことを特徴とする蛍光体の処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

**【発明の属する技術分野】**

本発明は、カラーテレビジョン受像機のディスプレイ等に使用するプラズマディスプレイパネル（PDP）または照明に使用する蛍光体に関するものである。

**【0002】****【従来の技術】**

蛍光体の製造方法において、約1100℃の高温で熱処理する（焼成）ことにより結晶性を高め、特性を向上させることは周知である。一般的には、蛍光体とバインダーを混合しペースト状にして塗布するが、バインダー内の水分を除去するために数100℃で熱処理して、長寿命化を行っている。

**【0003】**

また、長寿命の蛍光体の形成方法として、蛍光体の表面上に保護性被覆膜を作製して、輝度劣化の原因となる水分吸収を防止して特性を向上させる方法もある。例えば、被覆されたEL蛍光体のランプの形成手段として、反応器内に被覆用前駆体トリメチルアルミニウムと、酸素及びオゾンの混合ガスを供給して、蛍光体粒子を被覆するのに十分な時間を費やす処理方法が提案されている（例えば特許文献1参照。）。

**【0004】**

放電により紫外線を励起させて3色の蛍光体を発光させてフルカラー表示するプラズマディスプレイ（PDP）では、下記のような工程により蛍光体を形成している。図5は、一般的な3電極構造のAC型PDPの一例を示す概略断面図である。本図において、前面ガラス基板13上に表示電極14が形成され、この表示電極14は誘電体ガラス層15及び酸化マグネシウム（MgO）からなる誘電体保護層16で覆われている。

**【0005】**

また、背面ガラス基板17上には、アドレス電極18および隔壁19が設けられ、隔壁19同士の間隙に各色（赤、緑、青）の蛍光体層21～23が設けられている。

**【0006】**

前面ガラス基板13は背面ガラス基板17の隔壁19上に配設され、両基板1

3、17間に放電ガスが封入されて放電空間20が形成されている。

【0007】

このPDPにおいて、放電空間20では、放電に伴って真空紫外線（主に波長147nm）が発生し、各色蛍光体層21～23が励起発光されることによってカラー表示がなされる。

【0008】

上記PDPは、次のように製造することができる。

【0009】

前面ガラス基板13に、銀ペーストを塗布・焼成して表示電極14を形成し、誘電体ガラスペーストを塗布し焼成して誘電体ガラス層15を形成し、その上に誘電体保護層16を形成する。

【0010】

背面ガラス基板17上に、銀ペーストを塗布・焼成してアドレス電極18を形成し、ガラスペーストを所定のピッチで塗布し焼成して隔壁19を形成する。そして、隔壁19の間に各色蛍光体ペーストを塗布し、500℃程度で焼成してペースト内の樹脂成分等を除去することにより各色蛍光体層21～23を形成する。

【0011】

蛍光体焼成後、背面ガラス基板17の周囲に封着用ガラスフリットを塗布し、形成された封着ガラス層内の樹脂成分等を除去するために350℃程度で仮焼する（フリット仮焼工程）。

【0012】

その後、上記の前面ガラス基板13と背面ガラス基板17とを、表示電極14とアドレス電極18とが直交して対向するよう積み重ねる。そして、これを封着用ガラスの軟化温度よりも高い温度（450℃程度）で加熱することによって封着する（封着工程）。

【0013】

その後、封着したパネルを350℃程度まで加熱しながら、両基板間に形成される内部空間（前面板と背面板との間に形成され蛍光体が臨んでいる空間）から

排気し（排気工程）、排気終了後に放電ガスを所定圧力（通常、300～500 Torr）となるように導入する。

#### 【0014】

##### 【特許文献1】

特開 2000-96044 号公報

#### 【0015】

##### 【発明が解決しようとする課題】

上記従来の技術で記した PDP において、輝度向上をはじめとして如何に発光特性の優れたものとするかが重要となっている。特に、PDP の品質保証時間は、発光表示部で使用される蛍光体の発光特性の経時変化に起因する。

#### 【0016】

PDP の作製プロセス中の水分や加熱等により、蛍光体は発光輝度が劣化し、また、発光色度も変化する。よって、PDP 作製プロセス中での蛍光体の経時変化によって、パネル特性が悪化する。さらに、PDP 駆動中は蛍光体が放電を伴うプラズマに曝される等により、蛍光体が経時変化をする。このため、PDP の作製プロセス・PDP 駆動中による経時変化の少ない蛍光体が大きな課題となっている。

#### 【0017】

従来例で示した被覆した蛍光体をオゾン／酸素で処理する方法では、輝度の改善は得られるが、色度変化に対する効果はない。

#### 【0018】

本発明は、蛍光体の発光特性の経時変化を抑制し、発光特性の優れた PDP を作製することを目的としている。

#### 【0019】

##### 【課題を解決するための手段】

上記問題点を解決するために、本願の蛍光体及びその処理方法は以下の構成とした。すなわち、請求項 1 記載の蛍光体の処理方法は、少なくともオゾン、酸素、単原子酸素の何れかが含まれる混合ガス雰囲気中に蛍光体を含浸せしめ、前記蛍光体表面および表面近傍が、少なくとも前記オゾン、酸素、単原子酸素の何れか



と化学反応を起こし、前記蛍光体表面および表面近傍の酸素元素比が、前記表面および表面近傍以外の酸素元素比より高い構成となるような改質を施す工程を備えたことを特徴とする。

#### 【0020】

また、請求項2記載のは、少なくともオゾン、酸素、単原子酸素の何れか、及び単原子フッ素とが含まれる混合ガス雰囲気中に蛍光体を含浸せしめ、前記蛍光体表面および表面近傍が、少なくとも前記オゾン、酸素、単原子酸素の何れか、及び単原子フッ素と化学反応を起こし、前記蛍光体表面および表面近傍の酸素元素比が、前記表面および表面近傍以外の酸素元素比より高く構成され、かつ、前記蛍光体表面および表面近傍のフッ素元素比が、前記表面および表面近傍以外のフッ素元素比より高く構成されるような改質を施す工程を備えたことを特徴とする。

#### 【0021】

また、前記混合ガス雰囲気は、加熱されていることを特徴とする。

#### 【0022】

また、前記混合ガス雰囲気は、300℃以下で加熱することを特徴とする。

#### 【0023】

また、前記混合ガス雰囲気は、100℃以下で加熱することを特徴とする。

#### 【0024】

また、前記混合ガス雰囲気は、一定の温度で一定の時間維持して加熱することを特徴とする。

#### 【0025】

また、前記混合ガス雰囲気は、温度上昇する課程を有することを特徴とする。

#### 【0026】

また、前記混合ガス雰囲気は、紫外光が照射されていることを特徴とする。

#### 【0027】

また、前記紫外光は、2種類以上の異なる波長を有することを特徴とする。

#### 【0028】

また、前記紫外光は、前記蛍光体表面には照射されないことを特徴とする。

## 【0029】

また、前記混合ガス雰囲気は、不活性ガスを含むことを特徴とする。

## 【0030】

また、前記蛍光体は、酸化物蛍光体であることを特徴とする。

## 【0031】

また、前記蛍光体は、マンガンイオンあるいは希土類イオンが含まれていることを特徴とする。

## 【0032】

また、前記蛍光体は、アルミナ酸塩とユーロピウムイオンとが含まれていることを特徴とする。

## 【0033】

また、フッ化ガスは、 $\text{CF}_4$ であることを特徴とする。

## 【0034】

また、前記蛍光体は、画像表示装置に用いられることを特徴とする。

## 【0035】

また、前記蛍光体は、プラズマディスプレイに用いられることを特徴とする。

## 【0036】

また、前記蛍光体は、照明に用いられることを特徴とする。

## 【0037】

## 【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について、図面を参照しながら説明する。

## 【0038】

## (実施の形態1)

本発明における蛍光体はオゾン及び単原子酸素に含浸される蛍光体表面および表面近傍部分の酸素元素がその表面近傍以外の酸素元素比と変化している改質部と、蛍光体表面およびその近傍以外の領域で構成されている。経時変化を抑制するために必要な蛍光体の改質領域は、蛍光体の発光領域部分だけでよい。ただし、経時変化により発光領域部が変化するため、改質領域部は十分に大きい方がよい。

## 【0039】

蛍光体の励起領域は励起されるエネルギーによって異なる。特に、PDPは真空紫外光によって主に蛍光体を励起しているため、蛍光体の表面およびその近傍部分でしか励起しない。このため、本発明は表面部分を主に改質するため、発光領域が蛍光体表面であるPDPで用いられている蛍光体に非常に効果的である。

## 【0040】

例えば、一般的にPDPに用いられる青色蛍光体材料の $\text{BaMgAl}_{10}\text{O}_{17}:\text{Eu}^{2+}$ （以降、BAMと記す）は発光中心がユーロピウム（Eu）であり、このEuの酸化を防ぐためにBAMは酸素還元雰囲気中で合成される。このため、BAMの結晶には多くの酸素欠陥が存在する。この酸素欠陥が経時変化の要因となることが多い。特に、酸素欠陥部に水分が吸着することにより、BAMの発光特性は色度変化を引き起こす。また、水分吸着により駆動中の輝度劣化も促進される。さらに、蛍光体に水分が付着することで、パネル完成後のパネル内部に水分を持ち込み、PDP駆動にも影響を与える。このため、PDPで用いる蛍光体としては酸素欠陥の少ないBAMが望まれている。

## 【0041】

本発明の蛍光体の処理方法では、導入ガスに酸素原子を含んだガスを用いることにより、反応状態となった酸素が蛍光体と化学反応を起こし、BAM表面層の酸素欠陥を補償し、経時変化の少ないBAMが実現できる。

## 【0042】

例えば、酸素雰囲気中に紫外線を照射させることにより、オゾンの発生と、オゾンの分解によって発生した酸素ラジカルが反応状態となる。この反応状態となった酸素が蛍光体と化学反応を起こすことにより蛍光体を改質している。

## 【0043】

図1は本発明の第1の実施形態における図である。1は反応容器、2は酸素ガス導入口、3は蛍光体、4は蛍光体を付着した被処理物、5は試料台、6は紫外線ランプ、7は窒素ガス導入口、8はガスを排出する排出口、9は紫外線、10は温度制御装置、11は紫外線ランプ制御装置である。なお、被処理物4は蛍光体3だけから構成されてもよい。

## 【0044】

反応容器 1 内に蛍光体 3 を付着した被処理物 4 を試料台 5 に設置する。蛍光体 3 は粉体で被処理物 4 に乗せてもよいし、被処理物 4 に蛍光体 3 を塗布した蛍光体膜の状態でも良い。また、被処理物 4 に乗せずに試料台 5 に蛍光体 3 を直接おいた状態でも良い。

## 【0045】

例えば、青色蛍光体として、アルミナ酸塩とユーロピウムイオンとからなる粉体状態の蛍光体 ( $\text{BaMgAl}_{10}\text{O}_{17}:\text{Eu}^{2+}$ 、略して BAM) を所望の粘性のバインダーと混合し、石英基板に塗布して、被処理物 4 を作製すればよい。

## 【0046】

窒素ガス導入口 7 より窒素を十分に供給した後、温度制御装置 10 により試料台 5 を約  $300^{\circ}\text{C}$  に加熱する。 $300^{\circ}\text{C}$  に到達したら、窒素ガスを停止し、酸素ガス導入口 2 より酸素を流量  $1\text{ L/分}$  程度流す。窒素及び酸素の導入ガスは排出口 8 から流出する。反応容器 1 内に酸素が十分に行き渡ったら、紫外線ランプ 6 で 30 分程度照射する。

## 【0047】

照射後、酸素ガスを停止し、窒素ガスを反応容器 1 内に供給して、試料台 5 を室温まで冷却する。

## 【0048】

導入ガスの酸素に紫外線が照射されることによってオゾンと単原子酸素とが生成される過程を次に述べる。反応容器 1 に導入した酸素 ( $\text{O}_2$ ) に紫外線の中でも非常に波長の短いオゾン発生線とよばれる光線を照射すると、酸素分子 ( $\text{O}_2$ ) が解離して酸素原子 ( $\text{O}$ ) が 2 個生じる。この酸素原子 ( $\text{O}$ ) が他の酸素分子 ( $\text{O}_2$ ) と結合してオゾン ( $\text{O}_3$ ) が生成される。また、紫外線の中にはオゾンを分解する波長の光線があるために、分解反応で生じた酸素原子 ( $\text{O}$ ) がオゾンと反応してオゾンを分解し、更に単原子の酸素を生成する。

## 【0049】

つまり、蛍光体表面が、オゾンの生成と分解時に発生する単原子酸素酸素の生成と分解時に発生する単原子酸素オゾン分子という化学反応を起こすことによ

て、蛍光体表面の酸素欠損を埋め改質することができる。

#### 【0050】

なお、ここでの紫外線ランプ6は、例えば、Xeエキシマランプで、オゾンが生成される波長1849オングストロームと、オゾンが分解する2537オングストロームを並列して照射すればよい。または、これらの波長に高い発光ピークをもつ紫外線ランプ6を用いてもよい。

#### 【0051】

また、オゾンは非常に不安定であるため、蛍光体表面や周辺の不純物とオゾンが反応して、経時変化を促す要因を排除する。例えば、表面や周囲に存在する炭素原子と反応して、二酸化炭素となって除去できる。

#### 【0052】

紫外線9は蛍光体3表面に到達する前にある程度酸素に吸収されるが、前述した通り、蛍光体は紫外線により劣化するため、紫外線9が蛍光体3に直接照射されないように設定する。例えば、紫外線9を照射する時のみ被処理物4上に紫外線9を防止するシャッターを設けてもよいし、セラミック材料のような板を用いて非接触で覆う構成でもよい。

#### 【0053】

また、前記紫外線照射中に混合ガス雰囲気を加熱することで、化学反応を促進することができる。例えば、ホットプレート等に直接蛍光体を設置し加熱することによって、蛍光体も混合ガス雰囲気も加熱する。

#### 【0054】

ここで、この熱処理の効果を示すために、高温加湿雰囲気による蛍光体の劣化試験について説明する。石英基板上にBAMの蛍光体を塗布した試料を作製し、試料台の温度を変化させて市販のオゾン発生器により表面処理を施した。オゾン発生器の反応容器内に試料を設置し、所定の温度に到達するまで窒素を流し、温度が飽和してから30分間オゾンを発生させた後、窒素を置換で冷却する。表面処理後、管状路を用いて450℃程度での加湿雰囲気で蛍光体の加速劣化を行い、処理後の色度と発光強度の特性を測定した。

#### 【0055】

色度の劣化の結果を図2に示す。横軸は蛍光体の表面処理工程での試料台の温度、縦軸は色度  $y$ 、実線は蛍光体表面処理後、破線は劣化試験後を示す。色度  $y$  は、CIE表色系による2次元色空間を示す  $x$   $y$  色度座標の  $y$  値である。青色蛍光体の劣化は  $x$  値の変化が小さいが  $y$  値の変化は大きいため、 $y$  値を評価の対象とした。表面処理後では、加熱温度が高いほど試作初期の状態と近い特性が得られる。従って、熱処理により反応が加速されるため、短時間で蛍光体表面の酸素欠損が埋められ、蛍光体の特性が向上する。

#### 【0056】

特に、蛍光体を300℃まで加熱すれば、初期と同等の色度が得られ、良好な特性の蛍光体を得られる。

#### 【0057】

図3は、発光強度の劣化を示す。横軸は処理温度、縦軸は劣化処理しない場合の初期値との発光強度比を示している。処理温度が高いほどEuの酸化が進み、発光強度が低くなるが、処理温度を低く設定することで、明るさの劣化を抑えて色度を向上できる。特に、処理温度が100℃以下では、ほとんど発光強度に変化がなく、良好な特性の蛍光体を得られる。

#### 【0058】

よって、300℃程度の高い処理温度の場合は、30分以下の短い時間で処理すれば、発光強度を低下させることなく色度を向上できる。また、100℃程度の低温の場合は、長時間表面処理を施すことで、単原子酸素が浅く侵入するように反応の速度を低下させて、Euの酸化を防止し、色度を向上させることができる。例えば、100℃で6時間程度、反応雰囲気中で蛍光体を処理すればよい。

#### 【0059】

また、上記の例で示したように、熱処理の飽和期間だけ混合ガスを供給することで、短時間で良好な特性の蛍光体が安定して歩留まりよく作製できる（請求項6）。

#### 【0060】

更に、反応ガス中で、室温から300℃程度の高温まで徐々に温度を上昇させ

ていくことにより、反応速度をゆるめて表面の酸化欠損を埋め、かつEuの酸化による輝度劣化を緩和できる。

#### 【0061】

また、混合ガス雰囲気窒素などの不活性ガスを導入することにより反応速度を緩和させてもよい。

#### 【0062】

従来では、蛍光体を約1100℃で焼成して特性を向上させていたため冷却に時間がかかったが、本発明では低温プロセスのため簡易に蛍光体を作製できるので、プロセス時間を短縮でき、コストが削減できる。

#### 【0063】

また、蛍光体として、酸化欠損が生じやすい酸化物蛍光体に対する表面処理の効果が大きく、高い発光効率を得られるマンガニオンや希土類イオンを発光の中心に用いることで輝度劣化が小さくなる。特に、経時変化が著しい青色の蛍光体BAMには、本発明の蛍光体の処理方法は効果が絶大であり、良好な特性が得られる。

#### 【0064】

以上のような蛍光体は、照明、プラズマディスプレイなどの画像表示装置で実用できる。

#### 【0065】

例えば、プラズマディスプレイの場合、背面板にアドレス電極・隔壁間を形成した後、蛍光体ペーストを塗布する。この背面板を反応容器に設置し、酸素ガスを導入して、反応容器内を300℃に加熱し、Xeエキシマランプを30分照射することで、オゾンと単原子酸素が発生し、蛍光体の酸素欠陥を埋めて吸湿に強い蛍光体特性が得られる。蛍光体は赤色、緑色、青色の3種あるため、同時に処理してもよいが青色だけ塗布した後、上記のオゾン処理を行ってもよい。

#### 【0066】

(実施の形態2)

図4は本発明の第2の実施形態における図である。1は反応容器、2は酸素ガス導入口、3は蛍光体、4は蛍光体を付着した被処理物、5は試料台、6は紫外

線ランプ、7は窒素ガス導入口、8はガスを排出する排出口、9は紫外線、10は温度制御装置、11は紫外線ランプ制御装置、12はフッ素ガスの導入口である。なお、被処理物4は蛍光体3だけから構成されてもよい。

#### 【0067】

実施の形態1と同様に、反応容器1内に蛍光体3を付着した被処理物4を試料台5に設置する。窒素ガス導入口7より窒素を十分に供給した後、温度制御装置10により試料台5を約150℃に加熱する。150℃に到達したら、窒素ガスを停止し、酸素ガス導入口2より酸素、フッ化ガス導入口12よりフッ化ガスを流し、酸素とフッ化ガスの混合ガスを反応容器1に供給する。フッ化ガスは例えば、 $\text{CF}_4$ 、 $\text{SF}_6$ などが挙げられるがここでは $\text{CF}_4$ を用いて説明する。

#### 【0068】

混合ガスの流量体積比は酸素： $\text{CF}_4$ =1：1程度でよい。導入された窒素、酸素、 $\text{CF}_4$ は排出口8から流出する。反応容器1内に酸素と $\text{CF}_4$ が十分に行き渡ったら、紫外線ランプ6で30分程度照射する。紫外線9により酸素のオゾン生成と分解とが並行して起こり単原子酸素を生成する。発生したラジカルな単原子酸素を含む反応ガスに含浸されることにより、酸素欠損を埋め、蛍光体表面を改質する。また、オゾンや単原子酸素により $\text{CF}_4$ ガスの炭素と反応して、二酸化炭素となり、フッ素原子が蛍光体表面と反応して、撥水性を持つ蛍光体表面に改質される。

#### 【0069】

実施の形態1と同様、表面処理終了後は、酸素ガスを停止し、窒素ガスを反応容器1内に供給して、試料台5を室温まで冷却する。

#### 【0070】

以上のように、フッ素原子を含む導入ガスを用いることにより、改質部にフッ素化合物層が水分の吸着を抑制すると共に、単原子酸素が蛍光体表面の欠損を埋め、BAMの経時変化を抑制することができる。また、フッ素原子は、蛍光体を塗布する工程の際に含んだ表面や周囲に存在する不純物や合成時にできた不純物を取り除く効果がある。

#### 【0071】



**【発明の効果】**

このように、本発明によれば、蛍光体の発光特性の経時変化を抑制し、発光特性の優れた照明及びプラズマディスプレイを作製することができる。

**【図面の簡単な説明】****【図 1】**

本発明の第 1 の実施形態におけるブロック図

**【図 2】**

蛍光体の加熱温度との色度  $y$  値との関係を示す図

**【図 3】**

蛍光体の加熱温度との発光強度との関係を示す図

**【図 4】**

本発明の第 2 の実施形態におけるブロック図

**【図 5】**

従来のプラズマディスプレイの構造を示す図

**【符号の説明】**

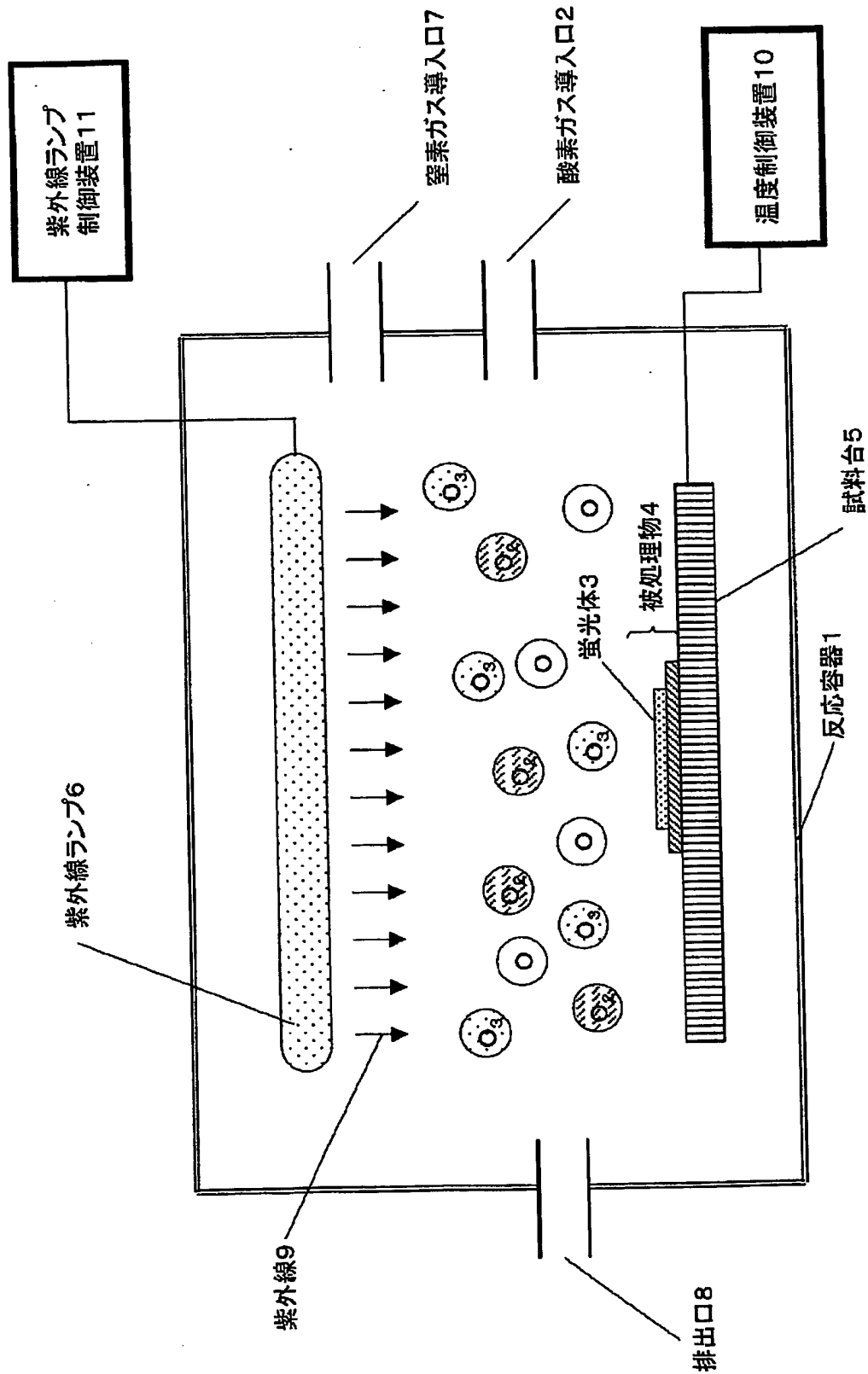
- 1 反応容器
- 2 酸素ガス導入口
- 3 蛍光体
- 4 蛍光体が付着した被処理物
- 5 試料台
- 6 紫外線ランプ
- 7 窒素ガス導入口
- 8 ガスを排出する排出口
- 9 紫外線
- 10 温度制御装置
- 11 紫外線ランプ制御装置
- 12 フッ化ガス導入口
- 13 前面ガラス基板
- 14 表示電極

- 1 5 誘電体ガラス層
- 1 6 誘電体保護層
- 1 7 背面ガラス基板
- 1 8 アドレス電極
- 1 9 隔壁
- 2 0 放電空間
- 2 1 赤色蛍光体層
- 2 2 緑色蛍光体層
- 2 3 青色蛍光体層

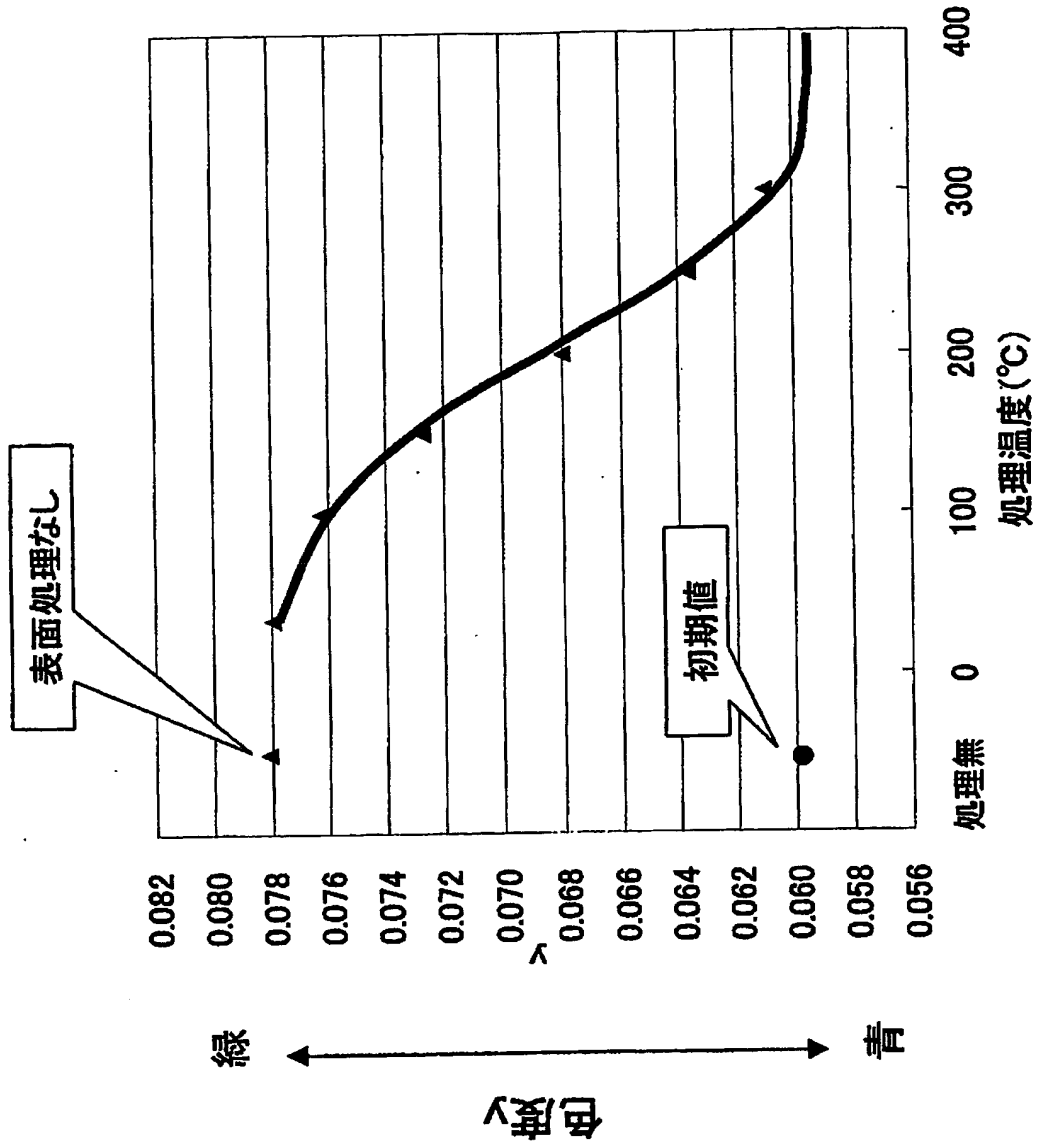
【書類名】

図面

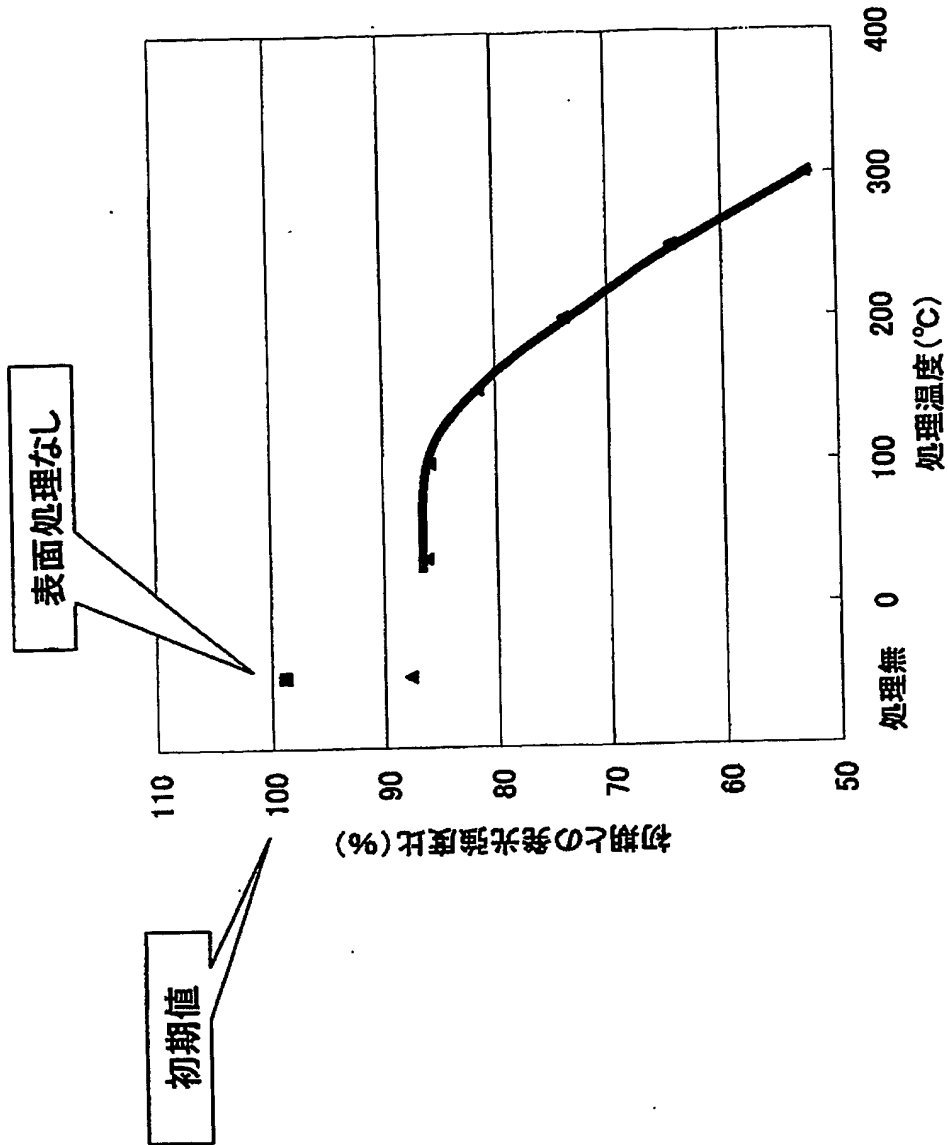
【図1】



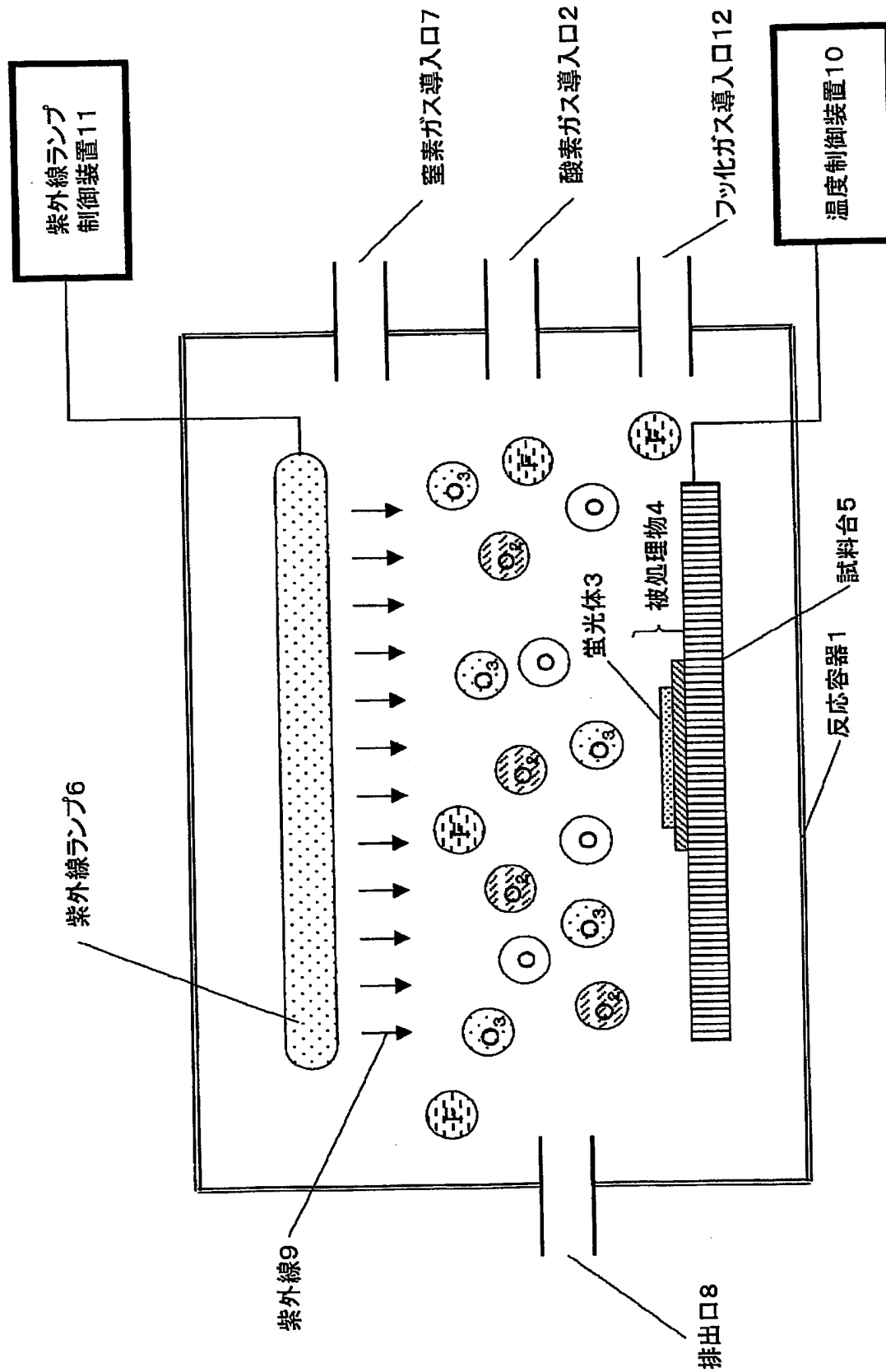
【図 2】



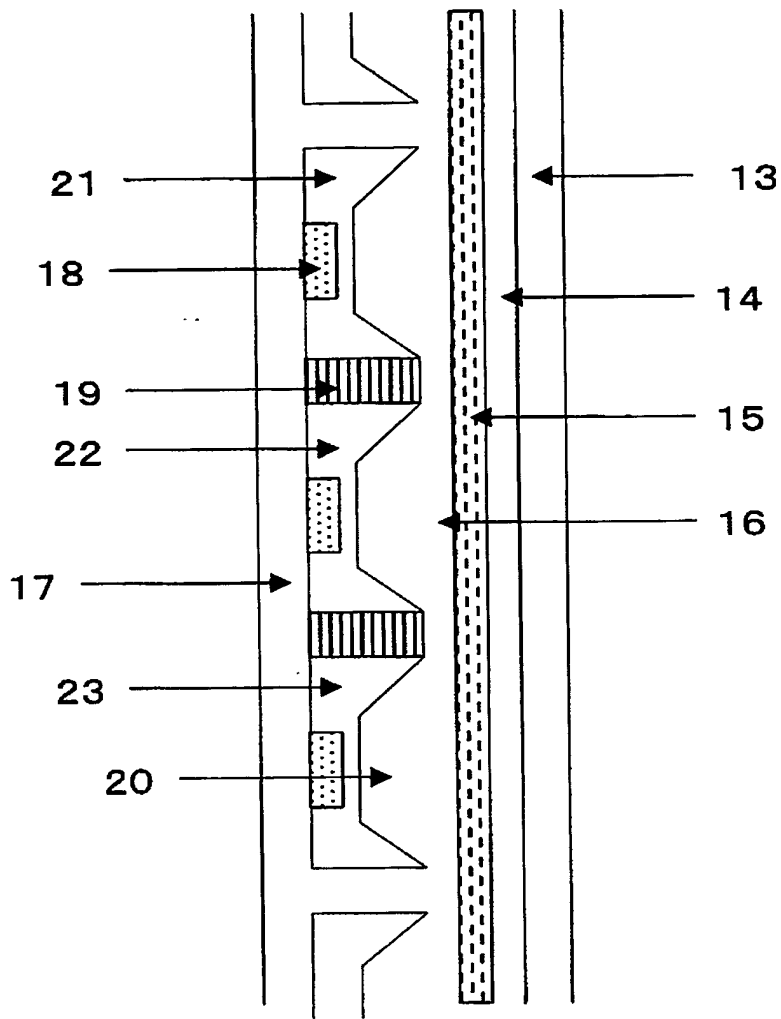
【図 3】



【図4】



【図 5】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 蛍光体の水分吸着による劣化を防止し、長寿命で良好な特性の蛍光体を提供すること。

【解決手段】 少なくともオゾンと、酸素と、単原子酸素とが含まれる混合ガス雰囲気と、前記混合ガス雰囲気中に装填した蛍光体において、前記蛍光体表面および表面近傍が前記オゾン及び前記単原子酸素と化学反応を起こし、前記蛍光体表面および表面近傍の酸素元素比が、表面近傍以外の酸素元素比より高い構成となるように改質することを特徴とする蛍光体の処理方法により、オゾンや単原子酸素（酸素ラジカル）と化学反応を起こすことによって蛍光体の酸素欠損を埋めることができる。

【選択図】 図1



特願 2002-293857

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000005821]

1. 変更年月日

1990年 8月28日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府門真市大字門真1006番地

氏 名

松下電器産業株式会社